

COPYRIGHT: 2004, JPO & Japio

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

2004131654

April 30, 2004

METHOD FOR RECOVERY OF POLYMER AND RECOVERING AP-  
PARATUS

**INVENTOR:** TAKEYAMA YOICHI

**APPL-NO:** 2002299344

**FILED-DATE:** October 11, 2002

**ASSIGNEE-AT-ISSUE:** NIPPON ZEON CO LTD

**PUB-TYPE:** April 30, 2004 - Un-examined patent application (A)

**PUB-COUNTRY:** Japan (JP)

**IPC-MAIN-CL:** C 08F006#22

**IPC-ADDL-CL:** B 29B015#4

**ENGLISH-ABST:**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a method for the recovery of a polymer capable of recovering a polymer having low viscosity and low coagulant content from a polymer latex in high yield and efficiency by using a simplified apparatus and provide an apparatus therefor.

**SOLUTION:** A polymer is recovered from a latex of the polymer added with a coagulant by using an extruder disposing a screw in a barrel having a coagulation zone. The screw has a coagulation screw block formed in a region corresponding to the coagulation zone, and the coagulation screw block has two or more sets of the combination of a normal feed screw element and a reverse feed screw element. The apparatus for the recovery of the polymer is composed of an extruder having a screw placed in a barrel having a coagulation zone, the screw has a coagulation screw block, and the coagulation screw block has two or more sets of the combination of a normal feed screw element and a reverse feed screw element.

(18) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-131654

(P2004-131654A)

(43) 公開日 平成16年4月30日(2004.4.30)

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>C08F 6/22  
B29B 15/04

F1

C08F 6/22  
B29B 15/04

テーマコード(参考)

4F201  
4J100

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願2002-299344(P2002-299344)  
(22) 出願日 平成14年10月11日(2002.10.11)(71) 出願人 000229117  
日本セオン株式会社  
東京都千代田区丸の内2丁目6番1号  
(74) 代理人 100075351  
弁理士 内山 充  
(72) 発明者 武山 洋一  
東京都千代田区丸の内2丁目6番1号 日  
本セオン株式会社内  
Fターム(参考) 4F201 AC05 BA09 BC31 BK32 BK13  
BK27 BK40 BK49 BQ05 BR17  
BR38  
4J100 AA02P AA03Q AG04Q AL02P AL02R  
AL03P CA01 CA04 CA05 GCD7  
GC17 GC37

(54) 【発明の名称】 重合体の回収方法及び回収装置

## (57) 【要約】

【課題】簡略化された装置を用いて、重合体ラテックスから、低粘度の重合体を、凝固剤含量が少なく、高収率で効率よく回収することが出来る重合体の回収方法及び回収装置を提供する。

【解決手段】凝固ゾーンを有するバレルの内部にスクリーが配置してある押出機を用いて、凝固剤が添加された重合体のラテックスから重合体を回収する方法であって、スクリーが凝固ゾーンに対向する領域に形成された凝固用スクリーアップロックを有し、凝固用スクリーアップロックが、順送リスクリーエレメントと逆送リスクリーエレメントとからなる組み合わせを2組以上有する重合体の回収方法、及び、凝固ゾーンを有するバレルの内部にスクリーが配置してある押出機からなり、スクリーが凝固用スクリーアップロックを有し、凝固用スクリーアップロックが、順送リスクリーエレメントと逆送リスクリーエレメントとからなる組み合わせを2組以上有する重合体の回収装置。

【図1】 図1



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項1】

凝固ゾーンを有するバレルの内部にスクリューが回転駆動自在に配置してある押出機を用いて、凝固剤が添加された重合体のラテックスから重合体を回収する方法であって、前記スクリューが、前記凝固ゾーンに対応する領域に形成された凝固用スクリューブロックを有し、該凝固用スクリューブロックが、順送リスクリューエレメントと逆送リスクリューエレメントとからなる組み合わせを2組以上有することを特徴とする重合体の回収方法。

## 【請求項2】

凝固用スクリューブロックが、順送リ又は逆送リのニーディングディスクを有する請求項1記載の重合体の回収方法。

## 【請求項3】

二軸噛合型で同方向回転のスクリューを用いる請求項1又は請求項2記載の重合体の回収方法。

## 【請求項4】

凝固剤が添加された重合体のラテックスから重合体を回収する装置であって、凝固ゾーンを有するバレルの内部にスクリューが回転駆動自在に配置してある押出機からなり、前記スクリューが、前記凝固ゾーンに対応する領域に形成された凝固用スクリューブロックを有し、該凝固用スクリューブロックが、順送リスクリューエレメントと逆送リスクリューエレメントとからなる組み合わせを2組以上有することを特徴とする重合体の回収装置。

## 【請求項5】

凝固用スクリューブロックが、順送リ又は逆送リのニーディングディスクを有する請求項4記載の重合体の回収装置。

## 【請求項6】

バレルの内部の凝固ゾーンの下流側に、排水ゾーンを有する請求項4又は請求項5記載の重合体の回収装置。

## 【請求項7】

排水ゾーンの下流側に、洗浄ゾーン及び乾燥ゾーンを有する請求項6記載の重合体の回収装置。

## 【請求項8】

二軸噛合型で同方向回転のスクリューを有する請求項4〜請求項7のいずれかに記載の重合体の回収装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## 【発明の属する技術分野】

本発明は、重合体の回収方法及び回収装置に関する。さらに詳しくは、本発明は、簡略化された装置を用いて、重合体ラテックスから、高品質の色粘度重合体を、高生産性かつ高収率で回収することのできる重合体の回収方法及び回収装置に関する。

## 【0002】

## 【従来の技術】

乳化重合により得られる重合体のラテックスから重合体を回収するために、従来より、ラテックスに凝固剤を添加して凝固させることによりスラリーとし、そのスラリーを遠心脱水機などにより含水率30〜70重量％程度に脱水したのち、流動乾燥機などにより乾燥する方法が行われていた。しかし、製品に含有される凝固剤の量を減少させるために、多量の洗浄水が必要であった。また、流動乾燥機などによる乾燥では、水分を気化して除去するために膨大な熱エネルギーと時間を必要とし、含水率が低下した重合体の粉体の粉塵爆発を防ぐために、装置全体を窒素ガスで置換する必要があり、多大なコストを要していた。このために、早くより、押出機を用いて重合体のラテックスから重合体を回収することが試みられていた。

例えば、特開昭57-1742号公報には、スクリュー押出機型の脱水、乾燥装置を用いて、ゴム系ラテックスから乾燥ゴムを連続的に製造する装置として、供給バレル、排水ス

10

20

30

40

50

リットパレル、加熱パレル及びベントパレルを直列し、パレル内に逆ネジスクリューと順方向スクリューを組み合わせて直列したスクリューを設置した装置が提案されている。しかし、この装置は、ラテックスと凝固剤を混合し、圧送する手段が必要なので、装置が複雑になる。特開昭62-17038号公報には、スクリュー押出機型の凝固、脱水、乾燥装置を用いて、熱可塑性重合体ラテックスから重合体を収率よく回収する方法として、沸点60〜200℃の有機溶媒を該ラテックスに含有させる方法が提案されている。しかし、有機溶媒は、大気中に放出されると環境汚染の原因になり、低粘度の有機溶媒を回収するためには、多量の気体で処理する回収装置が必要になる。

また、特開平11-5804号公報には、蛋白質が高度に除去された生ゴムを効率よく得ることが出来る固形脱蛋白天然ゴムの製造方法として、あらかじめ蛋白質分解処理が施された天然ゴムラテックスをホッパーから押出機内に注入し、さらに凝固剤を注入してゴム分を凝固させ、ゴム分を選別して洗浄したのち、排水口で脱水し、吐出口から固形ゴムを取り出して乾燥する方法が提案されている。この方法では、乾燥が別工程であるばかりでなく、例示されている二軸押出機では、低粘度の合成ゴムは凝固不良となる。

さらに、特開2001-131224号公報には、良好な加硫特性を有し、耐寒性、耐油性及び耐熱性のバランスに優れ、良好な低温圧縮永久歪を有するアクリル系ゴムの製造方法として、逆ネジスクリュー及び順方向スクリューを直列方向に組み合わせて絞リ機構を有するスクリュー押出機型の脱水、乾燥装置を用いて、アクリル系ゴムのラテックスの凝固、脱水、洗浄、乾燥を連続的に行う方法が提案されている。しかし、例示されている装置では、逆ネジスクリューはスリットケーシング内とベントケーシング内にあり、このような構造ではスリットロスと脱揮ベントアップという問題が発生する。

【特許文献1】

特開昭57-1742号公報(第1-3頁、第1図)

【特許文献2】

特開昭62-17038号公報(第1-4頁)

【特許文献3】

特開平11-5804号公報(第1頁)

【特許文献4】

特開2001-131224号公報(第2頁、第5頁、第1-2図)

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、簡略化された装置を用いて、重合体ラテックスから、低粘度の重合体を、製品含有の凝固剤含量が少なく、高生産性かつ高収率で回収することが出来る重合体の回収方法及び回収装置を提供することを目的としてなされたものである。

【0004】

【課題を解決するための手段】

本発明者は、上記の課題を解決すべく鋭意研究を重ねた結果、押出機のパレル内に凝固ゾーンを設け、押出機のスクリューの凝固ゾーンに対応する領域に、順送りスクリューエレメントと逆送りスクリューエレメントよりなる組み合わせを2組以上有する凝固用スクリューアロックを設けることにより、装置を簡略化し、押出機の混合混練機能を向上させることができ、凝固した重合体粒子の粒径が大きく、脱水スリットからの流失がなく、ベントアップすることもなく安定した長期運転が可能となることを見だし、この知見に基づいて本発明を完成するに至った。

すなわち、本発明は、

(1) 凝固ゾーンを有するパレルの内部にスクリューが回転駆動自在に配置してある押出機を用いて、凝固剤が添加された重合体のラテックスから重合体を回収する方法であって、前記スクリューが、前記凝固ゾーンに対応する領域に形成された凝固用スクリューアロックを有し、該凝固用スクリューアロックが、順送りスクリューエレメントと逆送りスクリューエレメントとからなる組み合わせを2組以上有することを特徴とする重合体の回収方法、

10

20

30

40

50

(2) 凝固用スクリュースロックが、順送り又は逆送りのニーディングディスクを有する第1項記載の重合体の回収方法、

(3) 二軸噛合型で同方向回転のスクリュースを用いる第1項又は第2項記載の重合体の回収方法、

(4) 凝固剤が添加された重合体のラテックスから重合体を回収する装置であって、凝固ゾーンを有するバレルの内部にスクリュースが回転駆動自在に配置してある押出機からなり、前記スクリュースが、前記凝固ゾーンに対峙する領域に形成された凝固用スクリュースロックを有し、該凝固用スクリュースロックが、順送りスクリュースエレメントと逆送りスクリュースエレメントとからなる組み合わせを2組以上有することを特徴とする重合体の回収装置、

(5) 凝固用スクリュースロックが、順送り又は逆送りのニーディングディスクを有する第4項記載の重合体の回収装置、

(6) バレルの内部の凝固ゾーンの downstream に、排水ゾーンを有する第4項又は第5項記載の重合体の回収装置、

(7) 排水ゾーンの downstream に、洗浄ゾーン及び乾燥ゾーンを有する第6項記載の重合体の回収装置、及び、

(8) 二軸噛合型で同方向回転のスクリュースを有する第4項～第7項のいずれかに記載の重合体の回収装置、  
を提供するものである。

【0005】

【発明の実施の形態】

本発明の重合体の回収方法は、凝固ゾーンを有するバレルの内部にスクリュースが回転駆動自在に配置してある押出機を用いて、凝固剤が添加された重合体のラテックスから重合体を回収する方法であって、前記スクリュースが、前記凝固ゾーンに対峙する領域に形成された凝固用スクリュースロックを有し、該凝固用スクリュースロックが、順送りスクリュースエレメントと逆送りスクリュースエレメントとからなる組み合わせを2組以上有する重合体の回収方法である。

本発明方法に用いる順送りスクリュースエレメントと逆送りスクリュースエレメントとからなる組み合わせとしては、順送りスクリュースエレメントと逆送りスクリュースエレメントを直接結合したもの又は順送りスクリュースエレメントと逆送りスクリュースエレメントの間に送り作用に関して無関係（ニュートラル）のニーディングディスクなどを挿入した場合も適宜使用することができる。

本発明方法の凝固用スクリュースロックでは、上記2種の組み合わせの1種又は2種を合わせて合計2組以上、好ましくは3～8組用いることができる。

この複数組の間及び前後に公知のスクリュースエレメント、例えば、ピッチの相違する順送りスクリュースエレメント（若しくは逆送りスクリュースエレメント）又はニュートラルニーディングディスクなどを適宜挿入することができ、このようなスクリュースロックの構造設計によって、本発明の作用効果を適宜調節することができる点で好ましい態様である。

また、本発明方法においては、凝固ゾーンの downstream に排水ゾーンを有することが好ましく、排水ゾーンの downstream に、洗浄ゾーン及び乾燥ゾーンを有することが好ましい。

図1は、本発明方法に用いる押出機の一態様の説明図である。本態様の押出機は、12個のバレルユニットからなるバレルと、3種類のスクリュースエレメント及び3種類のニーディングディスクの組み合わせからなるスクリュースから構成されている。No. 1～8のバレルユニットが凝固ゾーン、No. 4～5のバレルユニットが排水ゾーン、No. 6～8のバレルユニットが洗浄ゾーン、No. 9～12のバレルユニットが乾燥ゾーンを構成する。No. 1のバレルユニットは、凝固剤と重合体のラテックスが供給される供給口を有する供給ユニットである。No. 4のバレルユニットは、ラテックスの凝固により分離した凝固水が排出される排水スリットを有する排水ユニットである。No. 6のバレルユニットは、洗浄水が供給される給水口を有する給水ユニットである。No. 7のバレルユニットは、洗浄水が脱出する脱水スリットを有する脱水ユニットである。No. 9のバレル

10

20

30

40

50

ユニットとN.O. 11のパレルユニットは、重合体に含まれる水分が加熱により揮散して除去されるベントスリットを有するベントユニットである。上記以外のパレルユニットは、円筒形状の標準ユニットである。

#### 【0006】

図1に示す態様の押出機のスクリューは、廻り送りスクリューエレメントA、粗ピッチ順送りスクリューエレメントB、逆送りスクリューエレメントC、順送りニーディングディスクD、ニュートラルニーディングディスクE及び逆送りニーディングディスクFの配置により構成されている。図中に、C～Fの配置を示す。図に記号を付さないエレメントは、すべて順送りスクリューエレメントA又はBである。本態様の押出機は、凝固ゲージに対応する領域に形成された凝固用スクリューブロックが、交互に配置された順送りスクリューエレメントと逆送りスクリューエレメントの組み合わせを5組有する。順送りスクリューエレメントと逆送りスクリューエレメントを交互に配置することにより、凝固剤が添加されて粗凝固状態になったスラリーは、さらに細密に混練され、凝固が完結され、重合体と水が分離される。また、逆送りスクリューエレメントによる混練により、重合体のラテックスの温度が上昇し、凝固速度が向上する。必要に応じて、あらかじめ重合体のラテックス又は凝固剤を加熱し、重合体のラテックスの凝固を促進させることができる。図1に示す態様の押出機は、順送りスクリューエレメントと逆送りスクリューエレメントの組み合わせを5組有し、細密混合が5回繰り返されるので、重合体のラテックスの凝固に対して、5回連続した完全混合槽と同様の効果を発揮する。すなわち、本発明方法に用いる押出機は、本来の押し出し機能と完全混合槽の完全混合機能を兼ね備え、小規模な設備と少ない動力により、重合体のラテックスを効率的に凝固させることができる。本発明に用いる逆送りスクリューエレメントは、長さ/ピッチの比が0.5であり、ピッチ/径の比が0.4～1.5であることが好ましく、0.6～1.2であることがより好ましい。ピッチ/径の比が0.4未満であっても、1.5を超えても、せき止めと混練の効果が多分に発現しないおそれがある。

#### 【0007】

本発明に用いるニーディングディスクは、ほぼ楕円形状のディスクフレートを角度をずらして複数枚組み合わせた構成を有する。ディスクフレート1枚のみでは、送りに対してニュートラルであるが、複数枚のディスクフレートを角度をずらして組み合わせることにより、順送りニーディングディスク、ニュートラルニーディングディスク又は逆送りニーディングディスクとすることができ、ここにニュートラルニーディングディスクとは、複数枚の軸方向に垂直のディスクフレートを90度ずらして軸方向に平行に形成したものである。

混練の効果は、ピッチが同じであれば、順送りスクリューエレメント、順送りニーディングディスク、ニュートラルニーディングディスク、逆送りニーディングディスク、逆送りスクリューエレメントの順に強くなる。凝固用スクリューブロックにニーディングディスクを設けることにより、重合体のラテックスと凝固剤を効率よく混合し、重合体のラテックスを凝固させてスラリー化することができる。

本発明方法に用いる押出機は、二軸噛合型の押出機であることが好ましく、同方向回転のスクリューを有する二軸噛合型の押出機であることが特に好ましい。同方向回転の二軸噛合型押出機は、良好なセルフクリーニング性及び優れた混練性能と押し出し性能を有し、含水スラリーを、滑りを生ずることなく、混練し、押し出すことができる。

本発明の重合体の回収方法を適用し得る重合体のラテックスに特に制限はなく、例えば、天然ゴムラテックス、スチレン-アタジエン共重合体ラテックス、ポリイソプレンラテックス、アクリロニトリル-アタジエン共重合体ラテックス、アクリル酸エステル共重合体ラテックス（アクリルゴムラテックス）、アクリロニトリル-アタジエン-スチレン共重合体ラテックス、エチレン-酢酸ビニル共重合体ラテックス、エチレン-酢酸ビニル-アクリル酸エステル共重合体ラテックス、エチレン-アロピレン共重合体ラテックスなどを挙げることができる。本発明方法は、これらの中で、ML40以下の低粘度のアクリルゴムラテックスなどに特に好適に適用することができる。

10

20

30

40

50

本発明方法において、重合体のラテックスに添加する凝固剤に特に制限はなく、例えば、硫酸マグネシウム、硫酸ナトリウム、塩化ナトリウム、塩化カルシウムなどの無機塩、硫酸、塩酸などの無機酸、乳酸、酢酸などの有機酸などを挙げることができる。これらの中で、無機塩は、凝固スラリーが中性を保ち、洗浄ゾーンにおいて効率的に除去されるので、好適に用いることができる。

【0008】

本発明の重合体の回収装置は、凝固剤が添加された重合体のラテックスから重合体を取り出す装置であって、凝固ゾーンを有するパレルの内部にスクリュウが回転駆動自在に配置してある押出機からなり、前記スクリュウが、前記凝固ゾーンに対応する領域に形成された凝固用スクリュウアロックを有し、該凝固用スクリュウアロックが、順送りスクリュウエレメントと逆送りスクリュウエレメントとからなる組み合わせを2組以上有する装置である。本発明装置は、凝固用アロックがニーディングディスクを有することが好ましい。本発明装置は、パレルの内部の凝固ゾーンの downstream に、排水ゾーンを有することが好ましく、さらに、排水ゾーンの下流側に、洗浄ゾーン及び乾燥ゾーンを有することが好ましい。

10

図1に示す態様の回収装置は、N.O. 1～N.O. 3のパレルユニットにより構成される凝固ゾーンの下流側に、N.O. 4～N.O. 5のパレルユニットにより構成される排水ゾーンを有する。凝固ゾーンにおいて重合体のラテックスが凝固して生成した重合体スラリーは、排水ゾーンにおいてN.O. 5の標準ユニットに設けられた逆送りニーディングディスクにより加圧され、N.O. 4の排水ユニットの排水スリットから分離した凝固水が排出される。排水ゾーンから洗浄ゾーンへ押し出される重合体の水分率は、通常は20～50重量%である。

20

排水ゾーンでスラリーの水分を排出した重合体は、N.O. 6～N.O. 8のパレルユニットで構成される洗浄ゾーンへ押し出される。N.O. 6のパレルユニットは、給水口を有する給水ユニットであり、給水口から洗浄水が供給される。図1に示す態様の装置においては、N.O. 8の給水ユニットに順送りニーディングディスクとニュートラルニーディングディスクが備えられ、重合体と洗浄水とが十分に混練されるので、重合体のラテックスに添加された凝固剤が効率的に洗浄水中に移行し、除去される。このために、従来のパッチ式処理では、凝固剤を除去するために、重合体固形分の十数重量倍の洗浄水を必要としていたが、本発明装置を用いることにより、重合体固形分の4～5重量倍の洗浄水で重合体中の凝固剤を効率的に除去することができる。

30

【0009】

洗浄ゾーンで重合体に供給された洗浄水は、重合体に含まれる凝固剤、乳化剤などの不純物を溶解して除去し、N.O. 7の脱水ユニットで脱水される。本態様の装置においては、N.O. 8の標準ユニットからN.O. 9のベントユニットにかけて、順送りニーディングディスク、ニュートラルニーディングディスク及び逆送りニーディングディスクが設けられ、ここで圧縮・脱水されるので、N.O. 7の脱水ユニットにおいて効果的に脱水が行われる。洗浄ゾーンから乾燥ゾーンに押し出される重合体の水分率は、通常は10～20重量%である。

洗浄ゾーンで洗浄水により洗浄され、脱水された重合体は、N.O. 9～N.O. 12のパレルユニットで構成される乾燥ゾーンへ押し出される。本態様の装置では、乾燥ゾーンのN.O. 9ユニットとN.O. 11ユニットはベントユニットであり、N.O. 10ユニットとN.O. 12ユニットは標準ユニットである。N.O. 8の標準ユニットからN.O. 9のベントユニットにかけて設けられた順送りニーディングディスク、ニュートラルニーディングディスク及び逆送りニーディングディスクにより混練され均一となった重合体中に含まれる水分は、N.O. 9のベントユニットのベントスリットから揮散する。ベントスリットの直前に逆送りニーディングディスクが設けられ、ベントスリット部は順送りスクリュウで送られるので、ベントアップするおそれがない。

40

N.O. 9のベントユニットにおいて脱揮された重合体は、N.O. 10の標準ユニットにおいて加熱され、N.O. 10の標準ユニットからN.O. 11のベントユニットにかけて設け

50

られた順送りニーディングディスク、ニュートラルニーディングディスク及び逆送りニーディングディスクにより連続され均一となり、重合体に含まれる水分は、N.O. 11のペントユニットのペントスリットから弾散する。ペントスリットの直前に逆送りニーディングディスクが設けられ、ペントスリット部は順送りスクリューで送られるので、ペントアップするおそれがない。2個のペントユニットにおける脱揮により、重合体の水分率は通常は1重量%以下に低下する。乾燥ゾーンにおいて水分が除去された重合体は、押出機の出口に設けられたゲイから押し出される。

【0010】

【実施例】

以下に、実施例を挙げて本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例によりなんら限定されるものではない。

なお、実施例及び比較例においては、スクリュー径50mm、スクリュー全長2,340mmで、スクリュー回転方向が、出口正面に向かって同方向右回転の二軸押出機を用いた。使用したスクリューエレメントとニーディングディスクを、第1表に示す。また、使用した12個のパレルユニットを、第2表に示す。

【0011】

【表1】

第1表

		記号	長さ/ピッチ (mm)	回転方向
順送りスクリュー エレメント	細ピッチ	A	45/45	R
	粗ピッチ	B	60/60	R
逆送りスクリューエレメント		C	22.5/45	L
順送りニーディングディスク		D	35/60	R
ニュートラルニーディング ディスク		E	35/60	N
逆送りニーディングディスク		F	35/60	L

【注】ニーディングディスク：30度ずらし7枚。

【0012】

【表2】



第2表

ゾーン	ユニットNo.	ユニット長 (mm)	型式
凝固	1	180	供給
	2	216	標準
	3	216	標準
排水	4	180	スリット
	5	216	標準
洗浄	6	180	給水
	7	180	スリット
	8	216	標準
乾燥	9	180	ベント
	10	216	標準
	11	180	ベント
	12	180	標準

【0018】

なお、脱水スリットのスリット間隔は0.25mm、ベントスリットのスリット間隔は2.0mmとした。

実施例1

各ゾーンに対応する領域に、次のようにスクリュエーメント及びニーディングディスクを配置したスクリュエーを用いた。凝固用スクリュエーアロックスは、順送りスクリュエーメントDと逆送りスクリュエーメントCの組み合わせを5組用いて、下記のようにDとCが交互に配置されたものを使用した。

凝固ゾーン A D A D A A A A D C D C D C D C D C

排水ゾーン B B B B B B D F B D E

洗浄ゾーン B B B B B A D E F

乾燥ゾーン B B B B D D E F B B B B B B

送り工程の長さ、すなわちNo.1供給ユニットから最初の逆送りスクリュエーメントまでの距離は、200mmである。最初の逆送りスクリュエーメントから、順送りスクリュエーメント、逆送りスクリュエーメントの繰り返しで構成され、送り込まれた粗凝固スラリーをさらに細密に混練して、凝固を完結させる。この繰り返しは5回あるのみ、連続完全混合槽が5段連続した機構に類似している。二軸押出機のスクリュエーは、350rpmで回転させた。

アクリル酸エチル48重量%、アクリル酸アチル50重量%、フマル酸モノアチル2重量%の共重合体28.2重量%を含有するアクリルゴムラテックス300kg/mと、凝固剤として30重量%硫酸マグネシウム水溶液34kg/mを、いずれも20℃で、二軸押出機のNo.1供給ユニットの供給口に送り込んだ。供給口の圧力は、1.5MPaであった。No.8洗浄ユニットでは、給水口に洗浄水360kg/mを送り込んで洗浄した。

No.2標準ユニットの温度を90℃、No.3標準ユニットの温度を90℃とした。No.8標準ユニットからNo.12標準ユニットまでを160℃に加熱した。また、No.

、9ベントユニットとNO. 11ベントユニットは、水浄凝縮機を経て水封式真空ポンプに接続し、減圧とした。

二軸押出機から押し出される乾燥ゴムの量は、8.4.0kg/mであり、回収率は99.8重量%であった。乾燥ゴムの水分率は0.8重量%であり、硫酸マグネシウム含量は800PPmであった。

【0014】

#### 実施例2

各ゾーンに対応する領域に、次のようにスクリュエーエレメント及びニーディングディスクを配置したスクリュエーを用いた。凝固用スクリュエーブロックは、順送りスクリュエーエレメントAと逆送りスクリュエーエレメントCの組み合わせを5組用いて、下記のようにAとCが交互に配置されたものを使用した。

凝固ゾーン ADADBBACACACACAC

排水ゾーン BBBBBDDBDE

洗浄ゾーン BBBBBADEF

乾燥ゾーン BBBBDDDEFBBBBB

送り工程の長さ、すなわちNO. 1供給ユニットから最初の逆送りスクリュエーエレメントまでの距離は、185mmである。送り工程の長さが短いと、原料供給圧力が高くなる。

二軸押出機のスクリュエーは、350rpmで回転させた。

実施例1と同じアクリルゴムラテックス300kg/mと、凝固剤として30重量%硫酸マグネシウム水溶液34kg/mを、いずれも50℃に加熱して、二軸押出機のNO. 1供給ユニットの供給口に送り込んだ。供給口の圧力は、1.5MPaであった。NO. 6洗浄ユニットでは、給水口に洗浄水360kg/mを送り込んで洗浄した。

NO. 2標準ユニットの温度を90℃、NO. 3標準ユニットの温度を90℃とした。NO. 8標準ユニットからNO. 12標準ユニットまでを160℃に加熱した。また、NO. 9ベントユニットとNO. 11ベントユニットは、水浄凝縮機を経て水封式真空ポンプに接続し、減圧とした。

二軸押出機から押し出される乾燥ゴムの量は、83.0kg/mであり、回収率は98.1重量%であった。乾燥ゴムの水分率は0.9重量%であり、硫酸マグネシウム含量は850PPmであった。

【0015】

#### 実施例3

各ゾーンに対応する領域に、次のようにスクリュエーエレメント及びニーディングディスクを配置したスクリュエーを用いた。凝固用スクリュエーブロックは、順送りスクリュエーエレメントDと逆送りスクリュエーエレメントCの組み合わせを3組用いて、下記のようにDC-CD-DCのように配置されたものを使用した。

凝固ゾーン ADADAAAAADDCDDDC

排水ゾーン BBBBBDDBDE

洗浄ゾーン BBBBBADEF

乾燥ゾーン BBBBDDDEFBBBBB

送り工程の長さ、すなわちNO. 1供給ユニットから最初の逆送りスクリュエーエレメントまでの距離は、256mmである。二軸押出機のスクリュエーは、350rpmで回転させた。

実施例1と同じアクリルゴムラテックス180kg/mと、凝固剤として30重量%硫酸マグネシウム水溶液34kg/mを、いずれも20℃で、二軸押出機のNO. 1供給ユニットの供給口に送り込んだ。供給口の圧力は、3.5MPaであった。NO. 6洗浄ユニットでは、給水口に洗浄水360kg/mを送り込んで洗浄した。

NO. 2標準ユニットの温度は30℃、NO. 8標準ユニットの温度は50℃となった。

NO. 8標準ユニットからNO. 12標準ユニットまでを180℃に加熱した。

二軸押出機から押し出される乾燥ゴムの量は、85.0kg/mであり、回収率は95.5重量%であった。乾燥ゴムの水分率は0.4重量%であり、硫酸マグネシウム含量は8

10

20

80

40

50

00PPmであった。運転開始後、ラテックスの供給量を増加させ、150kg/hとしたところ、未凝固のラテックスが排水ゾーンのスリットより多量に流出し、運転を中止した。

#### 【0016】

##### 比較例1

各ゾーンに対応する領域に、次のようにスクリュエーメント及びシーディングディスクを配置したスクリュエーを用いた。

比較例1に使用した凝固用スクリュエーブロックは、順送りスクリュエーメントA7個及びD8個及び逆送りエレメントC4個の合計17個を結合している。この凝固用スクリュエーブロックは、逆送りエレメントCの数及び順送りエレメントエレメントDの数は実施例3と同一であり、エレメントの総数17個は、16個の実施例3とあまり相違しないが、逆送りスクリュエーメントCは最後に連続的に結合しており、順送りスクリュエーメントAと逆送りエレメントCの組み合わせは1組である点で実施例3の3組と相違する。

凝固ゾーン A D A D A D A D A D A C C C C

排水ゾーン B B B B B B D F B D E

洗浄ゾーン B B B B B B A D E F

乾燥ゾーン B B B B D D E F B B B B B B

送り工程の長さ、すなわちN.O. 1供給ユニットから最初の逆送りスクリュエーメントまでの距離は、360mmである。送り工程の長さが長いと、原料供給圧力が低くなる。二軸押出機のスクリュエーは、360rpmで回転させた。

実施例1と同じアクリルゴムラテックス40kg/hと、凝固剤として80重量%硫酸マグネシウム水溶液34kg/hとを、いずれも20℃で、二軸押出機のN.O. 1供給ユニットの供給口に送り込んだ。供給口の圧力は、1.0MPaであった。N.O. 6洗浄ユニットでは、給水口に洗浄水360kg/hを送り込んで洗浄した。

N.O. 2標準ユニットの温度は80℃、N.O. 3標準ユニットの温度は50℃となった。N.O. 8標準ユニットからN.O. 12標準ユニットまでを160℃に加熱した。

二軸押出機から押し出される乾燥ゴムの量は、10.8kg/hであり、回収率は95.7重量%であった。乾燥ゴムの水分率は0.4重量%であり、硫酸マグネシウム含量は800PPmであった。運転開始後、ラテックスの供給量を増加させ、60kg/hとしたところ、未凝固のラテックスが排水ゾーンのスリットより多量に流出し、運転を中止せざるを得なかった。

実施例1～8及び比較例1の結果を、第3表に示す。

#### 【0017】

##### 【表3】

第3表

	実施例1	実施例2	実施例3	比較例1
順-逆エレメント組数(組)	5	5	2	1
ラテックス供給量(kg/h)	300	300	130	40
供給口圧力(MPa)	1.5	1.5	3.5	1.0
乾燥ゴム流量(kg/h)	84.0	83.0	35.0	10.8
ゴム回収率(重量%)	99.3	98.1	95.5	95.7
水分率(重量%)	0.8	0.9	0.4	0.4
硫酸マグネシウム含量(ppm)	300	350	600	800

第3表に見られるように、交互に配置された順送りスクリュエメントと逆送りスクリュエメントを5組有する凝固用スクリュエアップロックを用いた実施例1と実施例2では、アクリルゴムラテックス300kg/トの供給が可能であり、ゴム回収率98重量%以上で乾燥ゴムが得られている。順送りスクリュエメントと逆送りスクリュエメントを3組とした実施例3では、ラテックスの供給量は180kg/トまで低下する。さらに、順送りスクリュエメントと逆送りスクリュエメントを1組とした比較例1では、ラテックスの供給量は40kg/トまで低下し、ゴム回収率も95.7重量%にとどまっている。

【0019】

【発明の効果】

本発明の重合体の回収方法及び回収装置によれば、アクリルゴムのような低粘度の重合体を、簡略化された装置を用いて、重合体ラテックスから、凝固剤含量の少ない製品として、高生産性かつ高回収率で回収することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】図1は、本発明方法に用いる押出機の一態様の説明図である。

10

【図1】

